



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 197 19 473 A 1**

⑤1 Int. Cl.<sup>8</sup>:  
**G 01 L 1/25**  
G 01 N 23/20

②1 Aktenzeichen: 197 19 473.7  
②2 Anmeldetag: 7. 5. 97  
②3 Offenlegungstag: 2. 4. 98

*s/n 10/650.059*  
*akt mit 2855*

DE 197 19 473 A 1

⑤6 Innere Priorität:

196 39 901.7 27.09.96

⑦1 Anmelder:

Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der  
angewandten Forschung e.V., 80636 München, DE

⑦4 Vertreter:

München . Rösler Anwaltskanzlei, 80689 München

⑦2 Erfinder:

Kämpfe, Andreas, 09126 Chemnitz, DE; Predecki,  
Paul, Denver, Col., US; Kämpfe, Bernd, 09126  
Chemnitz, DE; Eigenmann, Bernd, 75015 Bretten, DE

⑤6 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE 196 08 262 A1  
WILL, S., OETTEL, H.: Röntgenstrahlen messen Eigen-  
spannungen. In: Materialprüfung 34, 1992, Nr. 4,  
S.109-112;  
NEERINCK D.G., VINK, T.J.: Depth profiling of thin  
ITO films by grazing incidence X-ray diffraction. In:  
Thin Solid Films 278, 1996, S.12-17;

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Verfahren zur röntgendiffraktometrischen, zerstörungsfreien Bestimmung von dehnungsfreien  
Gitterparametern und/oder mechanischen Spannungszuständen

- ⑤7 Beschrieben wird ein Verfahren zur röntgendiffraktometri-  
schen, zerstörungsfreien Bestimmung von dehnungsfreien  
Gitterparametern und/oder mechanischen Spannungszu-  
ständen in Oberflächenschichten polykristalliner Prüflinge,  
die einen Gradienten der mechanischen Spannungen und/  
oder der dehnungsfreien Gitterparameter senkrecht zur  
Prüflingsoberfläche aufweisen.  
Die Erfindung zeichnet sich durch separate Bestimmung von  
Tiefenverteilungen der dehnungsfreien Gitterparameter so-  
wie des Spannungszustandes unter Verwendung des ge-  
samten diffraktometrischen Beugungsspektrums derart aus,  
- daß zur Bestimmung des Tiefenprofils der dehnungsfreien  
Gitterparameter der Braggwinkel  $\Theta_{\Psi^*, \Phi^*}$  von mehreren  
Beugungsmaxima jeweils in dehnungsfreien Richtungen  
 $\Psi^*, \Phi^*$  gemessen wird, wobei  $\Psi^*, \Phi^*$  für einen ebenen  
Spannungszustand durch

$$\sin^2 \Psi^* = \frac{\nu}{1+\nu} \left( 1 + \frac{\sigma_{11}}{\sigma_{22}} \right)$$

mit  $\Phi^*$  beliebig  
 $\nu$  Konstante und  
 $\sigma_{11}/\sigma_{22}$  Verhältnis von Spannungskomponenten  
gegeben sind und  
für jeden gemessenen Braggwinkel der Gitterparameter  
ermittelt wird, dem eine 1/e-Eindringtiefe  $\tau$  mittels diffrakto-  
metrischer Vermessung zugeordnet wird,  
- daß zur Ermittlung des Spannungszustandes in einer  
bestimmten 1/e-Eindringtiefe  $\tau$  der Braggwinkel  $\Theta$  der

Beugungsmaxima von mehreren Reflexen gemessen wird,  
wobei jedem Reflex jeweils ein Kippwinkel  $\Psi$  derart zuge-  
ordnet wird, daß die vorgegebene 1/e-Eindringtiefe  $\tau$  wäh-  
rend der Messung konstant bleibt, und der Spannungszu-  
stand  $\epsilon$  für die vorgegebene 1/e-Eindringtiefe  $\tau$  mittels

$$\epsilon_{\Phi, \Psi}^0 = \frac{1}{2} s_2^{kl} (\sigma_{11} \cos^2 \Phi + \sigma_{22} \sin^2 \Phi + \sigma_{22} \sin^2 \Phi) \sin^2 \Psi$$
$$+ s_1^{kl} (\sigma_{11} + \sigma_{22})$$

mit  $s_1$  und  $s_2$ ...

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNESDRUCKEREI 02.98 802 014/646

10/23

DE 197 19 473 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur röntgendiffraktometrischen, zerstörungsfreien Bestimmung von dehnungsfreien Gitterparametern und/oder mechanischen Spannungszuständen in Oberflächenschichten polykristalliner Prüflinge, die einen Gradienten der mechanischen Spannungen und/oder der dehnungsfreien Gitterparameter senkrecht zur Prüflingsoberfläche aufweisen.

Röntgendiffraktometrische Verfahren der vorstehend genannten Gattung sind insbesondere für die qualitative Beurteilung von Herstellungs-, Bearbeitungs- und Beanspruchungsvorgängen in polykristallinen Werkstücken, Bauteilen und Produkten anwendbar. Insbesondere können Lastspannungsprofile in polykristallinen Prüflingen ermittelt werden, die infolge von mechanisch-thermischen Belastungen in technischen Konstruktionen entstehen oder mittels spezieller Belastungseinrichtungen erzeugt werden. Neben der Bestimmung von mechanischen Spannungsprofilen können in polykristallinen Materialien auch in zerstörungsfreier Weise Gitterparameter und deren Gradienten in Oberflächenschichten untersucht werden, die sich insbesondere durch Beschichtungs-, Ätz- oder Dotierungsprozessen verändern oder auch infolge von Diffusions- und Korrosionsvorgängen beeinflusst werden können. Insbesondere zur Analyse allgemein physikalischer Oberflächenbeschaffenheitsparameter ist die Kenntnis von Gitterparametern ein wichtiges Eigenschaftsmerkmal polykristalliner Materialien.

Häufig treten jedoch in polykristallinen Materialien eine Überlagerung von atypischen Spannungszuständen, insbesondere Spannungen mit starken Gradienten senkrecht zur Schichtebene sowie Gradienten von Gitterparametern auf, so daß durch den mechanischen Spannungszustand auch eine Kristallgitterverzerrung verursacht wird. Derartige Überlagerungen treten insbesondere bei Reibung, Verschleiß oder Spannungsrißkorrosion auf, die es gilt, qualitativ zu erfassen, ohne dabei den zu untersuchenden Prüfling irreversibel zu beeinträchtigen.

Bekannt ist die sogenannte röntgenographische Spannungsmessung (RSM), die ein röntgendiffraktometrisches Verfahren zur Bestimmung von Last- und Eigenspannungen in oberflächennahen Werkstoffbereichen darstellt. Bei dieser bekannten Spannungsmessung wird davon ausgegangen, daß die in einem kristallinen Körper eingebrachten mechanischen Spannungen zu einer Verzerrung der Elementarzellen des Kristallgitters führen. Ausdruck dieser Kristallgitterverzerrung ist eine relative Änderung der Netzebenenabstände  $\Delta d/d$  im Kristallgitter, die einer makroskopischen Dehnung  $\epsilon$  gleichgesetzt wird. Derartige Netzebenenabstandsänderungen werden röntgendiffraktometrisch aus der Lageänderung eines Beugungsmaximums eines Reflexes  $\Delta\theta$ , wobei  $\theta$  den Bragg-Winkel darstellt, bestimmt, wozu röntgendiffraktometrische Aufnahmen ein- und desselben Reflexes aus verschiedenen Richtungen ( $\Phi$ ,  $\Psi$ ) erfolgen. Zur Bestimmung des Dehnungszustandes  $\epsilon$  wird die nachfolgende Beziehung verwendet

$$\epsilon_{(\Phi, \Psi)} = \frac{\Delta d}{d}(\Phi, \Psi) = -\cot \Theta \Delta \Theta_{(\Phi, \Psi)}$$

Ferner gilt für eine Kopplung zwischen Dehnungen und Spannungen in polykristallinen Materialien unter der Voraussetzung linear-elastischen Materialverhaltens unter Verwendung röntgenographischen Elastizitätskonstanten ( $s_1$ ,  $\frac{1}{2} s_2$ ):

$$\begin{aligned} \epsilon_{(\Phi, \Psi)} = \frac{\Delta d}{d}(\Phi, \Psi) = & \frac{1}{2} s_2 (\sigma_{11} \sin^2 \Psi \cos^2 \Phi + \sigma_{22} \sin^2 \Psi \sin^2 \Phi + \sigma_{33} \cos^2 \Psi \\ & + \sigma_{12} \sin^2 \Psi \sin 2\Phi + \sigma_{13} \sin 2\Psi \cos \Phi + \sigma_{23} \sin 2\Psi \sin \Phi) \\ & + s_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \end{aligned}$$

In der obenstehenden Beziehung bedeutet beispielsweise  $\sigma_{33}$  die Spannungskomponente, die in Richtung der Proben normalen zeigt und mit der Meßrichtung den Winkel ( $\Psi$ ) einschließt. Siehe hierzu auch Fig. 1 in der die diesbezüglichen Winkelbezüge eingezeichnet sind. Gemäß Fig. 1 befindet sich im Koordinatenursprung eine Probe, deren Probenoberfläche parallel zur X1-X2-Ebene liegt. Der in der oben angegebenen Beziehung verwendete Winkel ( $\Phi$ ) spannt sich hingegen zwischen ( $\sigma_{11}$ ) und der Projektion der Meßrichtung auf die Probenebene auf. Durch entsprechende Variation der Meßrichtung ( $\Phi$ ,  $\Psi$ ) werden die erforderlichen Meßwerte zur Bestimmung der einzelnen Spannungskomponenten erhalten. Von experimenteller Seite steht eine Reihe von Meß- und Auswertvarianten zur Verfügung, um — je nach Gegebenheiten und Anforderungen — einzelne oder alle der in der obenstehenden Gleichung aufgeführten Spannungskomponenten zu bestimmen.

Unter der Voraussetzung eines ebenen Spannungszustandes im Untersuchungsbereich der Probe bzw. des Prüflings werden bestimmte ( $\Phi$ ,  $\Psi$ )-Meßrichtungen zu sogenannten dehnungsfreien Richtungen, in denen die Kristallgitterabstände  $d_{\Phi, \Psi}$  diejenige Größe  $d_0$  annehmen, die im unverzerrten, d. h. spannungsfreien Kristallgitter gemessen würde. Bei Vorliegen eines homogenen Spannungs- und Werkstoffzustandes im Untersuchungsbe- reich des Prüflings können auf diese Weise diese dehnungsfreien Kristallgitterabstände  $d_0$  bestimmt werden.

Der Zugriff auf alle Werkstoffe mit kristallinen oder teilkristallinen Strukturen oder Strukturanteilen erklärt die breitgefächerten Anwendungsmöglichkeiten der RSM. Eine zusammenfassende Übersicht ist in "Haug, V., Macherauch, E." advanced in X-Ray analyses", 1984, Nr. 27, Seiten 81 bis 99, gegeben.

Eine zur Spannungsermittlung notwendige Veränderung des Kippwinkels ( $\Psi$ ), siehe hierzu auch Fig. 1, von Meßpunkt zu Meßpunkt führt innerhalb einer Meßreihe zu einer Variation der mittleren Eindringtiefe ( $\tau$ ) der

Röntgenstrahlen. Grundsätzlich sind zur Variation des Kippwinkels ( $\Psi$ ) zwei unterschiedliche Meßgeometrien verwendbar, die sogenannte  $\Omega$ -Geometrie und die sogenannte  $\Psi$ -Geometrie. Bei Verwendung der  $\Omega$ -Geometrien bestimmt sich die mittlere Eindringtiefe ( $\tau$ ) durch folgenden Formelzusammenhang:

$$\tau = \frac{\sin^2 \Theta - \sin^2 \Psi}{2\mu \sin \Theta \cos \Psi}$$

Bei Messungen gemäß der  $\Psi$ -Geometrie hingegen wird nachfolgende Formel verwendet:

$$\tau = \frac{\sin \Theta \cos \Psi}{2\mu}$$

Gemäß Fig. 2a entspricht in der  $\Omega$ -Geometrie die Kippachse zur Einstellung des  $\Psi$ -Winkels der Mittelpunktachse des Diffraktometermeßkreises, während die Kippachse in  $\Psi$ -Geometrie gemäß Fig. 2b in der Meßkreisebene des Diffraktometers liegt und die Probenoberfläche tangiert. In den vorstehend genannten Beziehungen entspricht  $\mu$  dem linearen Schwächungskoeffizienten.

Liegen oberflächennahe Spannungsgradienten vor, so führen Auswerteverfahren, die einen über die Tiefe des Meßmaterials konstanten Spannungszustand voraussetzen, zu fehlerhaften Ergebnissen. Bei bekannten und über die Tiefe des Meßmaterials invarianten dehnungsfreien Gitterparametern ( $d_0$ ) können diese Fehler zwar numerisch korrigiert oder durch spezielle Meßverfahren eliminiert werden (siehe hierzu Ballard et al., "Depth profiling biaxial stresses in sputter deposited molybdenum films, use of the  $\cos^2\Phi$ -method", Advanced in X-Ray analysis 39, 1996) doch können im Falle von gleichzeitigem Auftreten von Spannungsgradienten und Gradienten der Gitterparameter derzeit nur Tiefenprofile auf röntgendiffraktometrischem Wege ausschließlich im streifenförmigen Strahleinfall ermittelt werden. Der Nachteil dieser Verfahren ist jedoch, daß der unter streifendem Strahleinfall ausmeßbare Eindringtiefbereich um etwa eine Größenordnung geringer ist als jener, der bei Nutzung konventioneller Röntgendiffraktometrie zur Verfügung stehen würde.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur röntgendiffraktometrischen, zerstörungsfreien Bestimmung von dehnungsfreien Gitterparametern und/oder mechanischen Spannungszuständen in Oberflächenschichten polykristalliner Prüflinge, die einen Gradienten der mechanischen Spannung und/oder der dehnungsfreien Gitterparameter senkrecht zur Prüflingsoberfläche aufweisen, derart weiterzubilden, daß die Eindringtiefen zur Ermittlung von Tiefenprofilen von Spannungen und Gitterparametern wesentlich erhöht werden sollen.

Die Lösung der der Erfindung zugrundeliegenden Aufgabe ist im Patentanspruch 1 angegeben. Den Erfindungsgedanken weiterführende Merkmale sind Gegenstand der Unteransprüche.

Erfindungsgemäß sieht das Verfahren gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1 vor, daß zur separaten Bestimmung von Tiefenverteilungen der dehnungsfreien Gitterparameter sowie des Spannungszustandes die Informationen des gesamten diffraktometrischen Beugungsspektrums verwendet werden. Das erfindungsgemäße Verfahren teilt sich in zwei Verfahrensstufen, einem ersten Experiment zur Bestimmung des Profils der dehnungsfreien Gitterparameter und einem zweiten Experiment zur Spannungsmessung in verschiedenen Tiefen der Probe.

Im ersten Schritt wird zur Bestimmung des Tiefenprofils der dehnungsfreien Gitterparameter die Linienlage von mehreren Beugungsmaxima in dehnungsfreien Richtungen ermittelt. Zur Ermittlung einer dehnungsfreien Richtung  $\Psi^*$  wird zunächst die vorstehend beschriebene Beziehung für  $\epsilon_{\phi, \Psi}$  gleich Null gesetzt. Mit dieser Bestimmungsgleichung kann die dehnungsfreie Richtung  $\Psi^*$ , die unter der Randbedingung eines ebenen Spannungszustandes gelöst werden kann, ermittelt werden.  $\Psi^*$  kann zudem beispielsweise nach einer von Haug beschriebenen Methode (siehe hierzu V.M. Haug et al, Med. trans. A. 13 A, 1239, 1992) entnommen werden. Hierbei wird folgende Beziehung für  $\Psi^*$  ermittelt:

$$\sin^2 \Psi^* = \frac{\nu}{1 + \nu} \left( 1 + \frac{\sigma_{11}}{\sigma_{22}} \right).$$

Der Parameter  $\nu$  steht für eine elastische Material-Konstante, wobei das Spannungsverhältnis  $\sigma_{11}/\sigma_{22}$  ohne Kenntnis der Gitterparameter ermittelt werden kann.

Für einen rotationssymmetrischen Spannungszustand vereinfacht sich die vorstehende Gleichung zu

$$\sin^2 \Psi^* = \frac{\nu}{1 + \nu}.$$

Unter dem Kippwinkel  $\Psi^*$  wird der Gitterparameter  $d_0(\Psi^*)$  in bekannter Weise für alle geeigneten Reflexe vermessen. Die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung variiert dabei entsprechend den Formeln

$$\tau = \frac{\sin^2 \Theta - \sin^2 \Psi}{2\mu \sin \Theta \cos \Psi}, \quad \tau = \frac{\sin \Theta \cos \Psi}{2\mu}$$

unter Verwendung der vorstehend beschriebenen  $\Omega$ -Geometrie bzw.  $\Psi$ -Geometrie mit dem Bragg-Winkel  $\Theta$ . Auf diese Weise kann aus den Messungen ein Profil  $d_0(\tau)$  erstellt und numerisch hinterlegt werden.

In dem zweiten Experiment werden die Spannungsmessungen mit dem bekannten  $\sin^2\Psi$ -Verfahren auf verschiedenen vorgegebenen Tiefenniveaus  $\tau$  durchgeführt. Die für die einzelnen Reflexe einzustellenden Kippwinkel  $\Psi$  ( $\Theta$ ,  $\tau$ ) ergeben sich aus vorstehenden Gleichungen für die  $\Omega$ -Geometrie unter Verwendung eines  $\Omega$ -Diffraktometers zu

$$\cos \Psi = \mu \tau \sin \Theta + \sqrt{\mu^2 \tau^2 \sin^2 \Theta + \cos^2 \Theta}.$$

Einen entsprechenden Kippwinkelzusammenhang unter Verwendung eines  $\Psi$ -Diffraktometers ergibt sich zu

$$\cos \Psi = \frac{2\mu\tau}{\sin \Theta}.$$

Wesentlich zur Ermittlung des Spannungszustandes in einer bestimmten Eindringtiefe  $\tau$  ist dabei, daß der Bragg-Winkel  $\Theta$  der Beugungsmaxima von mehreren Reflexen gemessen wird. Wobei jedem Reflex jeweils ein Kippwinkel  $\Psi$  derart zugeordnet wird, daß die vorgegebene Eindringtiefe  $\tau$  während der Messung konstant bleibt. Der Spannungszustand wird nachfolgend nach konventionellen Verfahren, z. B. nach dem  $\sin^2\Psi$ -Verfahren ermittelt. Hierbei gilt folgender Zusammenhang:

$$\varepsilon_{\Phi, \Psi}^0 = \frac{1}{2} s_2^{\text{hd}} (\sigma_{11} \cos^2 \Phi + \sigma_{12} \sin 2\Phi + \sigma_{22} \sin^2 \Phi) \sin^2 \Psi + s_1^{\text{hd}} (\sigma_{11} + \sigma_{22}).$$

Die Erfindung wird nachstehend unter Bezugnahme auf die Figuren ohne Einschränkung des allgemeinen Erfindungsgedanken anhand eines Ausführungsbeispiels beschrieben. Es zeigen:

Fig. 1 Proben- und Winkelgeometrie röntgendiffraktometrischer Untersuchungen,

Fig. 2 Winkelzusammenhänge in der  $\Omega$ -Geometrie sowie  $\Psi$ -Geometrie,

Fig. 3 Tabelle für röntgenographische Spannungsanalyse an Ti(CN),

Fig. 4 Diagramm eines Tiefenprofils der Gitterkonstanten

Fig. 5 Tabelle für Kippwinkel für Spannungsmessung,

Fig. 6  $\sin^2\Psi$ -Diagramm bei 3  $\mu\text{m}$  Eindringtiefe,

Fig. 7 Tabelle mit Meßergebnissen für Spannungswerte sowie Eindringtiefe, sowie

Fig. 8 Spannungstiefenprofilmessung.

Wie vorstehend bereits beschrieben, zeigen die Fig. 1 und 2 grundlegende Geometriedarstellungen für röntgenographische Untersuchungsmethoden, auf die an dieser Stelle lediglich verwiesen wird.

In einem Beitrag von B. Eigenmann und Macherauch, E. Mat.-wiss u. Werkstofftechnik 26, 199—216, 1995, sind elastische Konstanten und dehnungsfreie Richtungen für einzelne Reflexe bei einer Spannungsmessung an Ti(CN) zusammengestellt worden, die durch Messungen unter Verwendung eines  $\Omega$ -Diffraktometers gewonnen wurden.

Die Messungen sind an einer 5  $\mu\text{m}$  dicken Ti(CN) Gradientenschicht, die nichtreaktives auf ein WC/Co-Tar-gett aufgesputtert worden ist, durchgeführt. Der Spannungszustand in der Schicht kann als rotationssymmetrisch angesehen werden. Der lineare Schwächungskoeffizient für Cu-K $\alpha$  Strahlung beträgt  $\mu = 0,0826 \mu\text{m}^{-1}$  und kann über die Tiefe des Meßareals als konstant angenommen werden.

Unter den in der Tabelle gemäß Fig. 3 aufgeführten Kippwinkeln  $\Psi^*$  wurden die zugeordneten Reflexe  $\{hkl\}$  gemessen und in bekannter Weise mittels der Bragg'schen Gleichung die Gitterparameter  $d_0$  berechnet. Danach wurden mit Hilfe von

$$a_0 = d_0 \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

für das kubisch kristallisierende Ti(CN) die  $d_0$ -Werte in die Gitterkonstante  $a_0$  umgerechnet.

In Fig. 4 ist die Gitterkonstante über der gewichteten mittleren  $1/e$ -Eindringtiefe  $\tau$  der Röntgenstrahlung aufgetragen. Eine Rückrechnung auf die Probentiefe  $z$  gemäß

$$P(\tau) = \frac{\int_0^{\tau} p(z) e^{-\frac{z}{\tau}} dz}{\int_0^{\tau} e^{-\frac{z}{\tau}} dz}$$

liefert ein lineares Profil  $p(z)$  für die Gitterkonstante der Form

$$a_0 = 4,273 \text{ \AA} + 0,032 \text{ \AA} \cdot \frac{z[\mu\text{m}]}{5\mu\text{m}}.$$

Die Spannungsmessungen wurden für Eindringtiefen  $\tau$  zwischen 1  $\mu\text{m}$  und 4,5  $\mu\text{m}$  durchgeführt. Die zugehörigen Kippwinkel wurden entsprechend

$$\cos \Psi = \mu \tau \sin \Theta + \sqrt{\mu^2 \tau^2 \sin^2 \Theta + \cos^2 \Theta}$$

ermittelt und sind in der Tabelle gemäß Fig. 5 wiedergegeben.

Für alle Eindringtiefen wurden nach dem  $\sin^2\Psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsmessung Diagramme aufgenommen und die Eigenspannungen ermittelt. Ein Beispiel für solch ein  $\sin^2\Psi$ -Diagramm zeigt Fig. 6.

Die zugehörigen Meßergebnisse sind in der Tabelle gemäß Fig. 7 aufgeführt und in Fig. 8 als Spannungstiefenprofil dargestellt. Als Abszissenparameter wurde die gewichtete mittlere 1/e-Eindringtiefe  $\tau$  verwendet.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur röntgendiffraktometrischen, zerstörungsfreien Bestimmung von dehnungsfreien Gitterparametern und/oder mechanischen Spannungszuständen in Oberflächenschichten polykristalliner Prüflinge, die einen Gradienten der mechanischen Spannungen und/oder der dehnungsfreien Gitterparameter senkrecht zur Prüflingsoberfläche aufweisen, gekennzeichnet durch separate Bestimmung von Tiefenverteilungen der dehnungsfreien Gitterparameter sowie des Spannungszustandes unter Verwendung des gesamten diffraktometrischen Beugungsspektrums derart,

— daß zur Bestimmung des Tiefenprofils der dehnungsfreien Gitterparameter der Braggwinkel  $\theta_{\Psi^*, \Phi^*}$  von mehreren Beugungsmaxima jeweils in dehnungsfreien Richtungen  $\Psi^*$ ,  $\Phi^*$  gemessen wird, wobei  $\Psi^*$ ,  $\Phi^*$  für einen ebenen Spannungszustand durch

$$\sin^2 \Psi^* = \frac{\nu}{1 + \nu} \left( 1 + \frac{\sigma_{11}}{\sigma_{22}} \right)$$

mit  $\Phi^*$  beliebig

$\nu$  elastische Konstante und

$\sigma_{11}/\sigma_{22}$  Verhältnis von Spannungskomponenten

gegeben sind und für jeden gemessenen Braggwinkel der Gitterparameter ermittelt wird, dem eine 1/e-Eindringtiefe  $T$  mittels diffraktometrischer Vermessung zugeordnet wird,

— daß zur Ermittlung des Spannungszustandes in einer bestimmten 1/e-Eindringtiefe  $T$  der Braggwinkel  $\theta$  der Beugungsmaxima von mehreren Reflexen gemessen wird, wobei jedem Reflex jeweils ein Kippwinkel  $\Psi$  derart zugeordnet wird, daß die vorgegebene 1/e-Eindringtiefe  $T$  während der Messung konstant bleibt, und der Spannungszustand  $\varepsilon$  für die vorgegebene 1/e-Eindringtiefe  $\tau$  mittels

$$\varepsilon_{\Phi, \Psi}^0 = \frac{1}{2} s_2^{hkl} (\sigma_{11} \cos^2 \Phi + \sigma_{12} \sin 2\Phi + \sigma_{22} \sin^2 \Phi) \sin^2 \Psi + s_1^{hkl} (\sigma_{11} + \sigma_{22})$$

mit  $s_1$  und  $s_2$  röntgenographische Elastizitätskonstanten für jeden Reflex  $(hkl)$   $\sigma_{ij}$  = Spannungskomponenten

ermittelt wird und wobei zur Ermittlung eines Tiefenprofils der mechanischen Spannung die Spannungsermittlung in verschiedenen 1/e-Eindringtiefen  $\tau$  durchgeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die diffraktometrische Vermessung zur Bestim-

mung der 1/e-Eindringtiefe  $T$  für die Zuordnung zu den Gitterparametern mittels eines  $\Psi$ -Diffraktometers erfolgt unter Verwendung folgender Beziehung:

$$\tau = \frac{\sin \Theta \cos \Psi}{2\mu}.$$

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die diffraktometrische Vermessung zur Bestimmung der 1/e-Eindringtiefe  $\tau$  für die Zuordnung zu den Gitterparametern mittels eines  $\Omega$ -Diffraktometers erfolgt unter Verwendung folgender Beziehung:

$$\tau = \frac{\sin^2 \Theta - \sin^2 \Psi}{2\mu \sin \Theta \cos \Psi}.$$

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Zuordnung des Kippwinkels  $\Psi$  zu jedem Reflex bei der Bestimmung des Spannungszustandes mit Hilfe eines  $\Psi$ -Diffraktometers erfolgt unter Verwendung der folgenden Beziehung:

$$\cos \Psi = \frac{2\mu\tau}{\sin \Theta}$$

mit  $\mu$ : = Massenschwächungskoeffizient.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Zuordnung des Kippwinkels  $\Psi$  zu jedem Reflex bei der Bestimmung des Spannungszustandes mit Hilfe eines  $\Omega$ -Diffraktometers erfolgt unter Verwendung der folgenden Beziehung:

$$\cos \Psi = \mu\tau \sin \Theta + \sqrt{\mu^2 \tau^2 \sin^2 \Theta + \cos^2 \Theta}$$

mit  $\mu$ : = Massenschwächungskoeffizient.

Hierzu 5 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

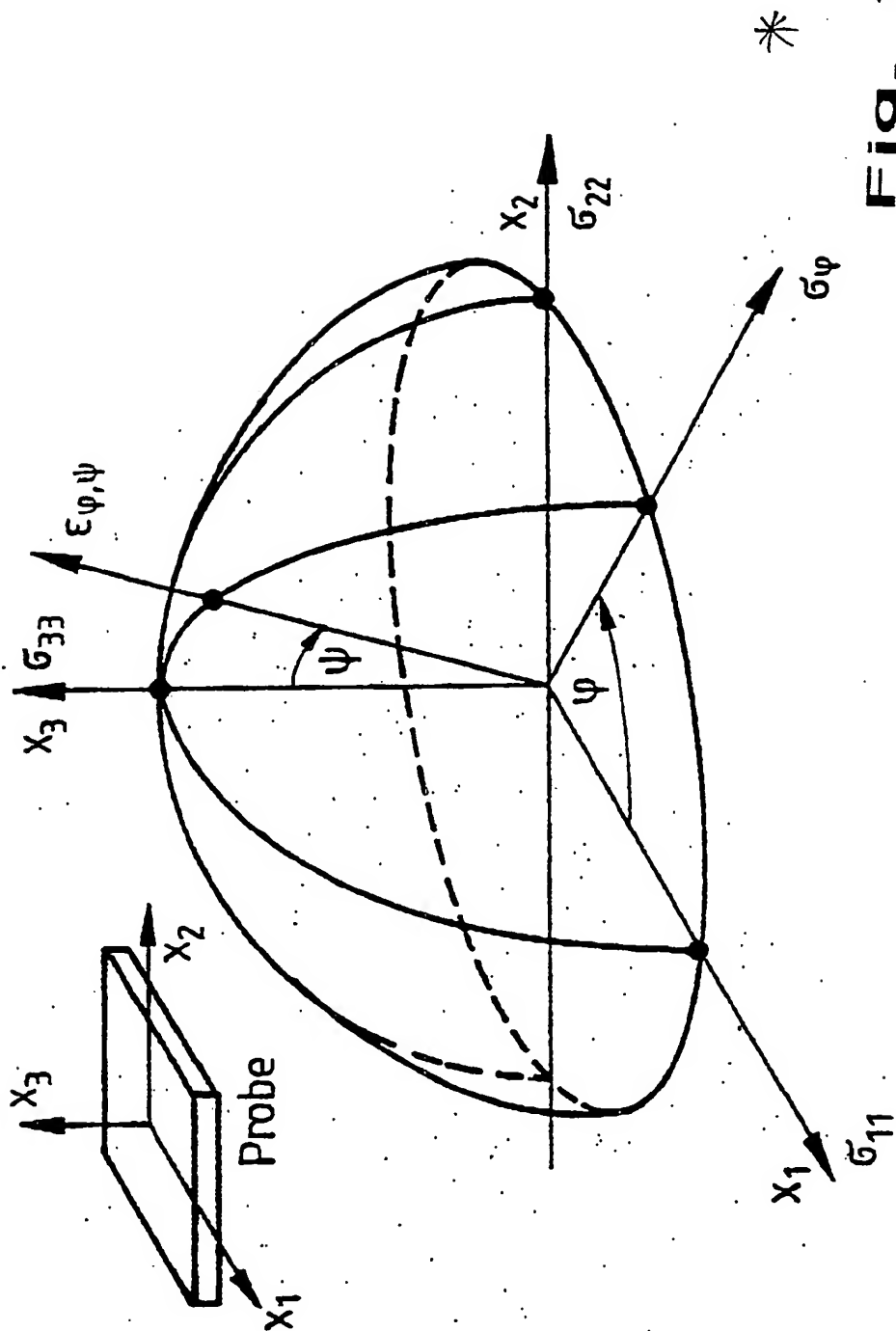


Fig. 1



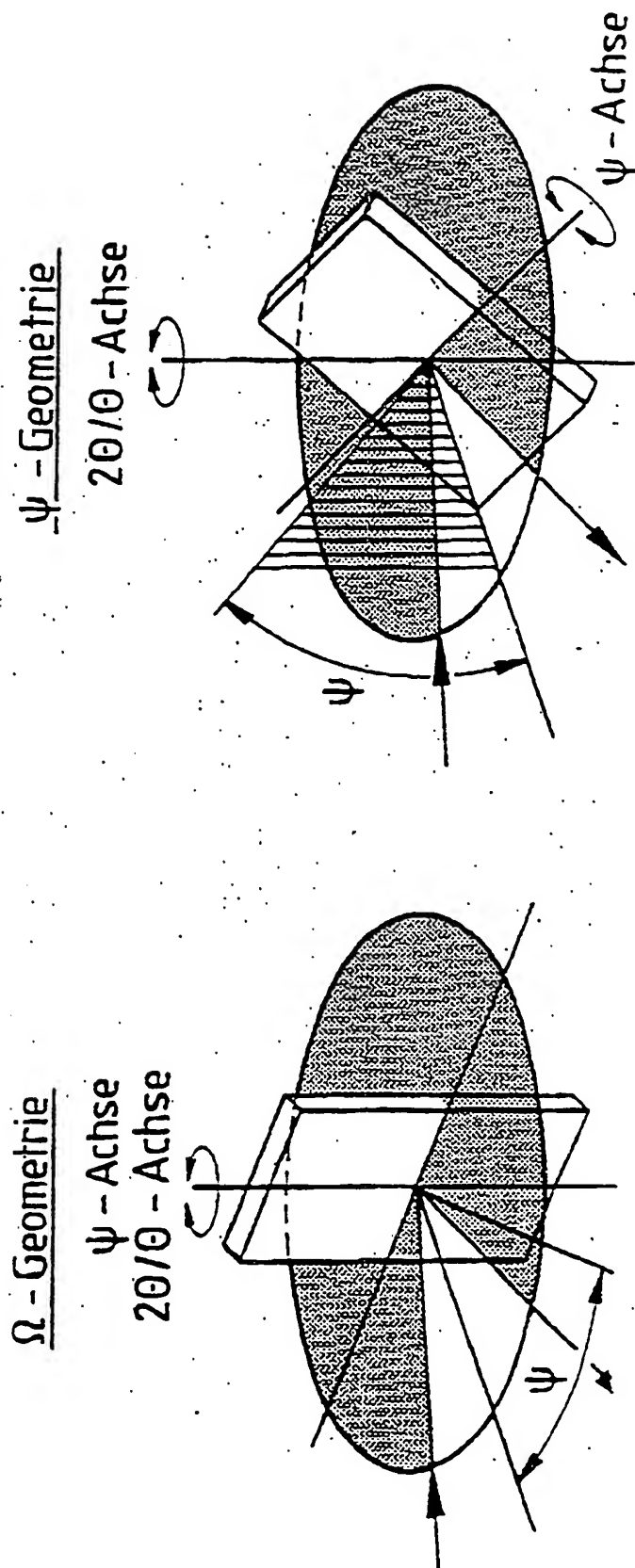


Fig. 2

Reflex {hkl}	E (MPa)	$\nu$	$s_1$ (MPa <sup>-1</sup> )	$\frac{1}{2} s_2$ (MPa <sup>-1</sup> )	$\psi^\circ$ (°)
511	442000	0.190	$-4.3 \cdot 10^{-7}$	$2.69 \cdot 10^{-6}$	34.4086
333	421000	0.205	$-4.9 \cdot 10^{-7}$	$2.86 \cdot 10^{-6}$	35.6836
422	429000	0.200	$-4.7 \cdot 10^{-7}$	$2.80 \cdot 10^{-6}$	35.2644
420	435000	0.200	$-4.6 \cdot 10^{-7}$	$2.76 \cdot 10^{-6}$	35.2644
331	428000	0.200	$-4.7 \cdot 10^{-7}$	$2.80 \cdot 10^{-6}$	35.2644
400	447000	0.190	$-4.3 \cdot 10^{-7}$	$2.66 \cdot 10^{-6}$	34.4086
222	424000	0.205	$-4.8 \cdot 10^{-7}$	$2.84 \cdot 10^{-6}$	35.6836
0311	437000	0.200	$-4.6 \cdot 10^{-7}$	$2.75 \cdot 10^{-6}$	35.2644
220	429000	0.200	$-4.7 \cdot 10^{-7}$	$2.80 \cdot 10^{-6}$	35.2644
200	447000	0.190	$-4.3 \cdot 10^{-7}$	$2.66 \cdot 10^{-6}$	34.4086
111	424000	0.205	$-4.8 \cdot 10^{-7}$	$2.84 \cdot 10^{-6}$	35.6836

Fig. 3

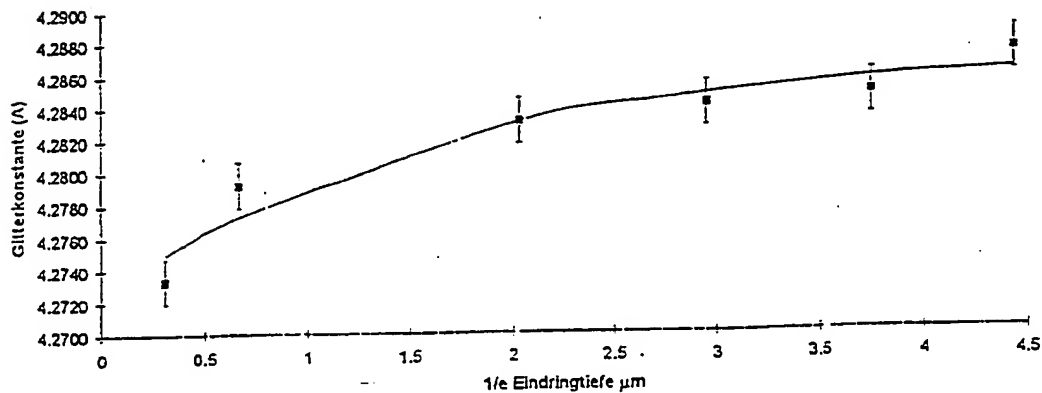


Fig. 4

Reflex	Eindringtiefe ( $\mu\text{m}$ )					
	1	2	3	3,5	4	4,5
511/333	64.39	57.71	49.5	44.69	39.23	32.85
422	57.02	50.64	42.78	38.08	32.63	25.97
420	48.57	42.32	34.51	29.69	23.79	15.70
331	46.83	40.58	32.74	27.84	21.75	12.92
400	41.08	34.81	26.71	21.38	14.02	
222	33.56	27.11	18.15	11.02		
311	31.55	25.02	15.61	6.93		
220	25.74	18.83	6.15			
200	16.02	6.82				
111	12.87					

Fig. 5

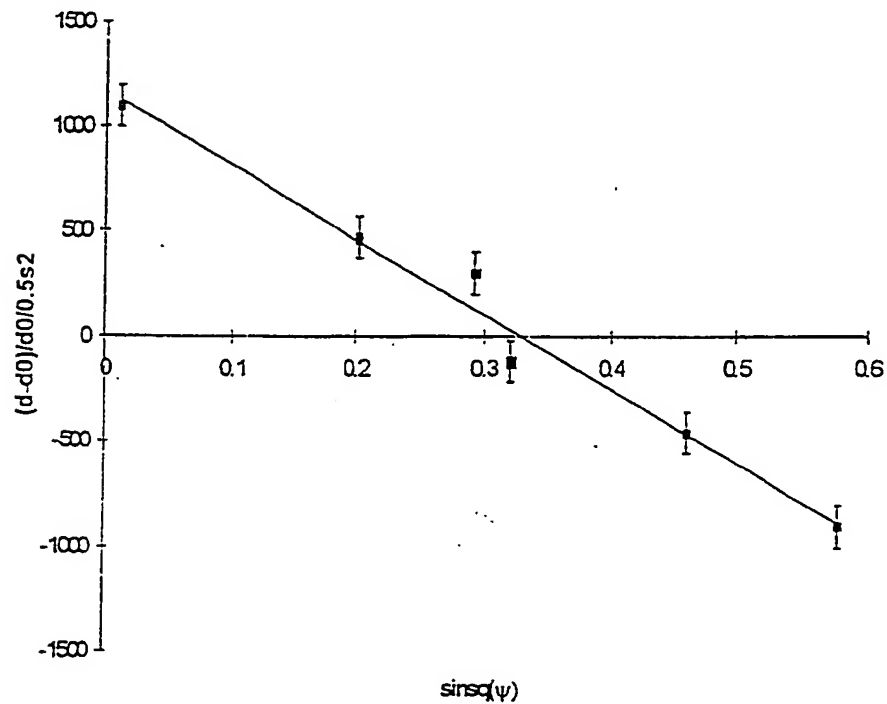
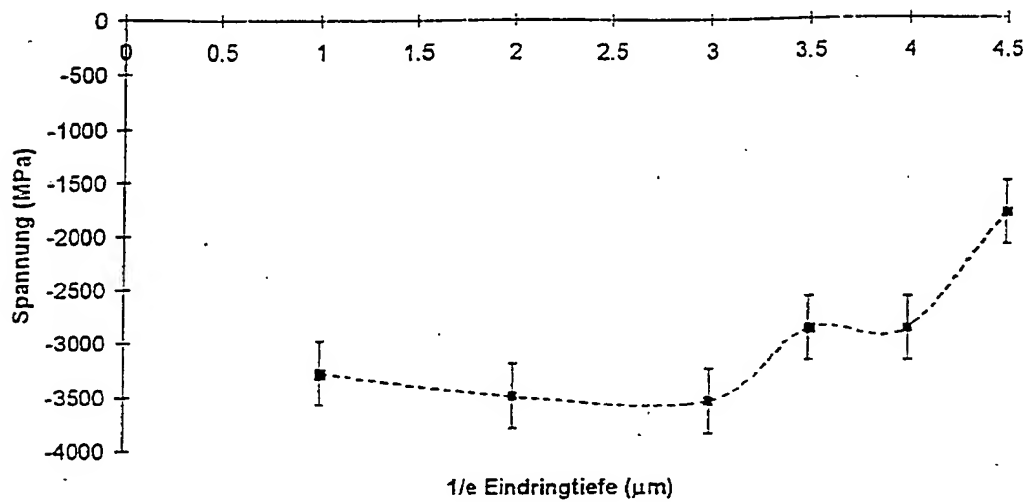


Fig. 6

1/e Eindringtiefe ( $\mu\text{m}$ )	Spannung (MPa)
1	$-3200 \pm 100$
2	$-3500 \pm 250$
3	$-3550 \pm 100$
3,5	$-2900 \pm 150$
4	$-2800 \pm 150$
4,5	$-1800 \pm 100$

**Fig. 7****Fig. 8**